

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 447401

(61) Зависимое от авт. свидетельства -
(22) Заявлено 28.02.73 (21) I888I57/23-4
с присоединением заявки -

(51) М. Кл.

C 07c I03/I6

(32) Приоритет -

Опубликовано 25.10.74 Бюллетень № 39

(53) УДК 547.298.1
(088.8)

Дата опубликования описания 15.12.74

(72) Авторы
изобретения

М.С.Машевская, П.А.Петунин, В.С.Залесов, Э.Г.Караванова

(71) Заявитель

Пермский государственный фармацевтический институт

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АМИДОВ ГЛИКОЛЕВЫХ КИСЛОТ

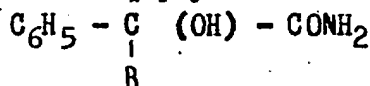
1

Изобретение относится к технологии получения амидов карбоновых кислот, а именно к способу получения амидов гликолевых кислот, которые могут найти применение как биологически активные соединения.

Известен способ получения амидов гликолевых кислот пиролизом их аммонийных солей. Выход целевого продукта составляет 30-40%.

Цель изобретения - упрощение технологического процесса и увеличение целевого продукта.

Сущность предложенного способа получения амидов гликолевых кислот общей формулы I



где R - арил или алкил, состоит в том, что амид миндальной кислоты окисляют хромовым ангидридом в уксуснокислой среде при 60-70°C, по-

2

лученный при этом амид бензоилмуравьиной кислоты обрабатывают арил- или алкилмагнийгалогенидом с последующим выделением целевого продукта известным приемом. В результате упрощается технология получения и повышается выход целевого продукта до 80-85%, а также расширяется число соединений данного класса.

Пример 1. Амид дифенилгликолевой (бензиловой) кислоты (I), где R = C₆H₅

Раствор 0,05 моль амида, бензоилмуравьиной кислоты в 30 мл абсолютного эфира прибавляют к 15 моль бромистого фенолмагния, реакционную смесь нагревают в течение 1 часа, разлагают 10%-ным раствором соляной кислоты, эфирный слой отделяют, обрабатывают водяным паром, остаток кристаллизуют из подходящего растворителя (спирт, бензол, петролейный эфир).

Выход 77%, т.пл. 152-153°C (по

литературным данным т.пл. 154°C).

Пример 2. Амид метилфенилгликолевой кислоты (I),

где R = CH₃

Реакцию проводят аналогично примеру 1, выход 78%, т.пл. 99-100°C (петролейный эфир).

Найдено, %: N 8,20; 8,15

C₉H₁₁N₂O₂

Вычислено, %: N 8,48.

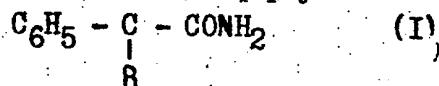
ИК-спектр 3617,3533 см⁻¹ (ОН-свободный и втянутый во внутримолекулярную водородную связь);

3480,3413 см⁻¹ - полоса амидной и свободной NH₂ группы.

Соединения, представленные в таблице, получают аналогично.

ПРЕДМЕТ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения амидов гликолевых кислот общей формулы



где R - арил или алкил, отличающийся тем, что, с целью упрощения технологического процесса и увеличения выхода целевого продукта, амид миндальной кислоты окисляют хромовым ангидридом в уксуснокислой среде при 60-70°C и полученный при этом амид бензоилмуравьиной кислоты обрабатывают арил- или алкилмагнииталогенидом с последующим выделением целевого продукта известным приемом.

Составитель Г. Мигачев

Редактор Загребельная Техред Н. Сенина Корректоры М. Рогова

Заказ 671 Изд. № 701 Тираж 506 Подписное

ЦНИИНИИ Государственного комитета Совета Министров СССР
по делам изобретений и открытий
Москва, 113035, Раушская наб., 4

Предприятие «Патент», Москва, Г-59, Бережковская наб., 24

R	Выход, %	Температура плавления, °C	Найдено, %	Брутто= формула	Вычислено N, %	* ИК-спектры, см ⁻¹
C ₅ H ₁₁ =H	78	91-92	6,10-6,15	C ₁₃ H ₁₉ NO ₂	6,33	3617,3533,3480,3416
C ₅ H ₁₁ =изо	60	89-90	6,02-6,08	C ₁₃ H ₁₉ NO ₂	6,33	3617,3533,3480,3416
C ₆ H ₁₃ =H	80	116-117	5,80-5,82	C ₁₄ H ₂₁ NO ₂	6,02	3617,3533,3480,3416
C ₇ H ₁₅ =H	72	94-95	5,40-5,49	C ₁₅ H ₂₃ NO ₂	5,62	3617,3533,3480,3417
C ₈ H ₁₇ =H	70	97-98	5,04-5,15	C ₁₆ H ₂₅ NO ₂	5,32	3616,3533,3480,3413
C ₉ H ₁₉ =H	68	85-87	4,92-4,87	C ₁₇ H ₂₇ NO ₂	5,05	3616,3533,3480,3413
C ₁₀ H ₂₁ =H	64	78-79	4,60-4,72	C ₁₈ H ₂₉ NO ₂	4,81	3616,3533,3480,3413

*)

Инфракрасные спектры были сняты с прямой LiF в концентрации 0,01 M в растворе СС 4

НЕЗАМЕЩЕННЫЕ АМИДЫ ГЛИКОЛЕВЫХ КИСЛОТ $C_6H_5CH(OH) - CONH_2$

R	Выход, %	Температура плавления, °C	Найдено, %	Брутто- формула	Вычислено N, %	ИК-спектры, cm^{-1}	*
C_6H_5	77	152-153	-	-	-	3612, 3524, 3480, 3409	
CH_3	78	99-100	8,20-8,25	$C_9H_{11}NO_2$	8,48	3617, 3533, 3480, 3413	
C_2H_5	76	89-91	8,07-7,98	$C_{10}H_{13}NO_2$	7,82	3617, 3533, 3480, 3417	
$C_3H_7=H$	86	96-97	7,23-7,01	$C_{11}H_{15}NO_2$	7,25	3617, 3533, 3480, 3413	
$C_3H_7=изо$	80	105-106	7,00-7,05	$C_{11}H_{15}NO_2$	7,25	3617, 3533, 3480, 3417	
$C_4H_9=H$	82	83-84	6,51-6,48	$C_{12}H_{17}NO_2$	6,76	3617, 3533, 3480, 3413	